

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-335228

(43)公開日 平成11年(1999)12月7日

(51)Int.Cl.⁵

A 61 K 7/00

識別記号

F I

A 61 K 7/00

J

審査請求 未請求 請求項の数6 FD (全10頁)

(21)出願番号

特願平10-155363

(22)出願日

平成10年(1998)5月20日

(71)出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72)発明者 桑田 敏

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコーン電子材料

技術研究所内

(72)発明者 井口 良範

群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10

信越化学工業株式会社シリコーン電子材料

技術研究所内

(54)【発明の名称】 皮膚外用剤

(57)【要約】

【課題】 異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体が配合され、伸展性、使用感に優れた皮膚外用剤を提供すること。

【解決手段】 水性成分を含有する皮膚外用剤において、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体を0.01～50重量%含有することを特徴とする皮膚外用剤である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 水性成分を含有する皮膚外用剤において、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体を0.01～50重量%含有することを特徴とする皮膚外用剤。

【請求項2】 更に、油剤を含有することを特徴とする請求項1記載の皮膚外用剤。

【請求項3】 更に界面活性剤を含有することを特徴とする請求項1又は2記載の皮膚外用剤。

【請求項4】 前記複合粉体が、a) ビニル基含有オルガノポリシロキサンとb) オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の水中油型乳化物に触媒を加えて硬化反応させ、球状シリコーンゴム硬化物微粒子の水分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合硬化反応させた後、乾燥させて得られる球状シリコーンゴム硬化物微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン硬化物を被覆した複合粉体であることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の皮膚外用剤。

【請求項5】 前記球状シリコーン硬化物微粒子分散液の球状シリコーン硬化物微粒子の平均粒径が、0.1～1.00μmであることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の皮膚外用剤。

【請求項6】 水性成分がグリセリン、ジグリセリンから選ばれる1種又は2種以上を含有することを特徴とする請求項1～5のいずれかに記載の皮膚外用剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、水性成分を含有する皮膚外用剤において、しっとり感、さらさら感、さっぱり感等の使用感、のび広がりのよさ等の使用性を向上させた皮膚外用剤に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、皮膚外用剤には、しっとり感や保湿性を付与するために水性成分が配合されてきた。ところが、しっとり感や保湿性が付与される反面、べたつきが生じ、さらさら感やのび広がりに劣るものもあった。その使用感、使用性を向上するために、揮発性溶剤を配合したり、シリカやシリコーン樹脂粉末等の粉体を配合したり、種々の方法が検討されてきたが、いまだ充分な使用感及び使用性を得るに至っていない。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】シリコーン樹脂粉末として、ポリオルガノシルセスキオキサン樹脂の微粒子、ゴム弹性を有するシリコーンゴム粉粒状物が知られており、それらを化粧料に配合することは、例えば、特開平1-268615号公報や、特公平7-053646号公報等で既に提案されているが、前者のポリオルガノシルセスキオキサン樹脂の微粒子を配合した化粧料は、ボ

リオルガノシルセスキオキサン微粒子粉体の硬度が高いため、さらっとしてはいるものの、硬い感触の違和感を与えるものであった。一方、後者のゴム弹性を有する微粒子は、前者のような欠点は大幅に解消されているが、流動性が乏しいため取り扱いしづらく、又、凝集性が強いため、各種基材への均一分散が困難で基材との相溶性も悪い等、化粧料に配合するにはかなりの制限があった。そこで、しっとり感、さらさら感、さっぱり感等の使用感、のび広がりのよさ等の使用性を合わせ持つ皮膚外用剤の開発が望まれていた。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記課題を解決するために鋭意研究を行なった結果、水性成分を含有する皮膚外用剤に、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体を用いると、基材との相溶性や分散性に優れるため、この複合粉体を含有する皮膚外用剤は、べたつきが無く、しっとり感、さらさら感、さっぱり感等の使用感が良好で、のび広がりのよさ等の使用性に優ることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、水性成分を含有する皮膚外用剤において、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体を含有する皮膚外用剤を提供するものである。

【0005】以下、本発明について詳細に説明する。本発明に使用される水性成分としては、特に制限されるものではなく、通常の化粧料に使用されるものであれば、いずれのものも使用することができる。例えば、精製水、植物抽出液、グリセリン、ジグリセリン、1,3-ブチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール等の水溶性多価アルコール等が挙げられる。

【0006】本発明に使用される複合粉体は、a) ビニル基含有オルガノポリシロキサンとb) オルガノハイドロジェンポリシロキサンとを含む油系の水中油型乳化物に触媒を加えて硬化反応させ、球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液とした後、その水分散液にアルカリ性物質またはアルカリ性水溶液とオルガノトリアルコキシシランを添加し、オルガノトリアルコキシシランを加水分解、縮合硬化反応させた後、乾燥させて得られる球状シリコーンゴム硬化物微粒子にポリオルガノシルセスキオキサン硬化物を被覆した複合粉体である。この複合粉体の製造法については特開平7-196815号公報に従えばよい。前記球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液の球状シリコーン硬化物微粒子の平均粒径は、使用感、使用性において0.1～100μmが好ましい。本発明の皮膚外用剤中、複合粉体の配合量は、0.01～50重量%（以下、単に「%」で示す。）であり、好ましくは0.05～20%である。配合量が0.01%より少ないと、さらさら感等の効果が充分に得られず、50%を超えると使用性において好ましくない。又、この複合粉体は必要に応じて一種又は二種以上用いることができ

る。

【0007】本発明の皮膚外用剤には、その目的に応じて油剤を用いることができる。使用される油剤としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、固体、半固体、液状の油剤のいずれのものも使用することができる、例えば、天然動植物油脂類、及び半合成油脂としては、アボガド油、アマニ油、アーモンド油、イボタロウ、エノ油、オリーブ油、カカオ脂、カボックロウ、カヤ油、カルナウバロウ、肝油、キャンデリラロウ、牛脂、牛脚脂、牛骨脂、硬化牛脂、キョウニン油、鯨ロウ、硬化油、小麦胚芽油、ゴマ油、コメ胚芽油、コメヌカ油、サトウキビロウ、ザザンカ油、サフラワー油、シアバター、シナギリ油、シナモン油、ジョジョバロウ、セラックロウ、タートル油、大豆油、茶実油、ツバキ油、月見草油、トウモロコシ油、豚脂、ナタネ油、日本キリ油、ヌカラウ、胚芽油、馬脂、バーシック油、バーム油、バーム核油、ヒマシ油、硬化ヒマシ油、ヒマシ油脂肪酸メチルエステル、ヒマワリ油、ブドウ油、ベイベリーロウ、ホホバ油、マカデミアナッツ油、ミツロウ、ミンク油、綿実油、綿ロウ、モクロウ、モクロウ核油、モンタンロウ、ヤシ油、硬化ヤシ油、トリヤシ油脂肪酸グリセライド、羊脂、落花生油、ラノリン、液状ラノリン、還元ラノリン、ラノリンアルコール、硬質ラノリン、酢酸ラノリン、ラノリン脂肪酸イソプロビル、ラウリン酸ヘキシル、POEラノリンアルコールエーテル、POEラノリンアルコールアセテート、ラノリン脂肪酸ポリエチレングリコール、POE水素添加ラノリンアルコールエーテル、卵黄油等；炭化水素油として、オゾケライト、スクワラン、スクワレン、セレンシン、バラフィン、バラフィンワックス、流動バラフィン、ブリスタン、ポリイソブチレン、マイクロクリスタリンワックス、ワセリン等；高級脂肪酸としては、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、ベヘン酸、ウンデシレン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、アラキドン酸、エイコサペンタエン酸(EPA)、ドコサヘキサエン酸(DHA)、イソステアリン酸、12-ヒドロキシステアリン酸等；高級アルコールとしては、ラウリルアルコール、ミリスチルアルコール、パルミチルアルコール、ステアリルアルコール、ベヘニルアルコール、ヘキサデシルアルコール、オレイルアルコール、イソステアリルアルコール、ヘキシルドデカノール、オクチルドデカノール、セトステアリルアルコール、2-デシルテトラデシノール、コレステロール、フィステロール、POEコレステロールエーテル、モノステアリルグリセリンエーテル(バチルアルコール)等；エステル油としては、アジピン酸ジイソブチル、アジピン酸2-ヘキシルデシル、アジピン酸ジ-2-ヘプチルウンデシル、モノイソステアリン酸N-アルキルグリコール、イソステアリン酸イソセチル、トリイソステアリン酸トリメチロールプロパン、ジ-2-エチルヘキ

サン酸エチレングリコール、2-エチルヘキサン酸セチル、トリー-2-エチルヘキサン酸トリメチロールプロパン、テトラ-2-エチルヘキサン酸ベンタンエリスリトール、オクタン酸セチル、オクチルドデシルガムエステル、オレイン酸オレイル、オレイン酸オクチルドデシル、オレイン酸デシル、ジカプリン酸ネオペンチルグリコール、クエン酸トリエチル、コハク酸2-エチルヘキシル、酢酸アミル、酢酸エチル、酢酸ブチル、ステアリン酸イソセチル、ステアリン酸ブチル、セバシン酸ジイソプロビル、セバシン酸ジ-2-エチルヘキシル、乳酸セチル、乳酸ミリスチル、パルミチン酸イソプロビル、パルミチン酸2-エチルヘキシル、パルミチン酸2-ヘキシルデシル、パルミチン酸2-ヘプチルウンデシル、12-ヒドロキシステアリル酸コレステリル、ジベンタエリスリトール脂肪酸エステル、ミリスチン酸イソプロビル、ミリスチン酸オクチルドデシル、ミリスチン酸2-ヘキシルデシル、ミリスチン酸ミリスチル、ジメチルオクタン酸ヘキシルデシル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ヘキシル、N-ラウロイル-レーグルタミン酸-2-オクチルドデシルエステル、リング酸ジイソステアリル等；グリセライド油としては、アセトグリセライド、トリイソオクタン酸グリセライド、トリイソステアリン酸グリセライド、トリイソパルミチン酸グリセライド、トリー-2-エチルヘキサン酸グリセライド、モノステアリン酸グリセライド、ジ-2-ヘプチルウンデカン酸グリセライド、トリミリスチン酸グリセライド等；シリコーン油としては、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン、オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロヘキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、テトラメチルシクロヘキサン、ステアロキシリコーン等の高級アルコキシ変性シリコーン、高級脂肪酸変性シリコーン、シリコーン樹脂、シリコンゴム、シリコーンレジン等；フッ素系油剤としては、バーフルオロポリエーテル、バーフルオロデカリ、バーフルオロオクタン等が挙げられ、これらの油剤は必要に応じて一種、又は二種以上用いることができる。

【0008】本発明の皮膚外用剤には、その目的に応じて界面活性剤を用いることができる。使用される界面活性剤としては、アニオン性、カチオン性、非イオン性及び両性の活性剤があるが、特に制限されるものではなく、通常の化粧料に使用されるものであれば、いずれのものも使用することができる。以下に具体的に例示すると、アニオン性界面活性剤としては、ステアリン酸ナトリウムやパルミチン酸トリエタノールアミン等の脂肪酸セッケン、アルキルエーテルカルボン酸及びその塩、アミノ酸と脂肪酸の縮合等のカルボン酸塩、アルキルスルホン酸、アルケンスルホン酸塩、脂肪酸エステルのスルホン酸塩、脂肪酸アミドのスルホン酸塩、アルキルスル

ホン酸塩とそのホルマリン縮合物のスルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、第二級高級アルコール硫酸エステル塩、アルキル及びアリルエーテル硫酸エステル塩、脂肪酸エステルの硫酸エステル塩、脂肪酸アルキロールアミドの硫酸エステル塩、ロート油等の硫酸エステル塩類、アルキルリン酸塩、エーテルリン酸塩、アルキルアリルエーテルリン酸塩、アミドリン酸塩、N-アシルアミノ酸系活性剤等；カチオン性界面活性剤としては、アルキルアミン塩、ポリアミン及びアミノアルコール脂肪酸誘導体等のアミン塩、アルキル四級アンモニウム塩、芳香族四級アンモニウム塩、ビリジウム塩、イミダゾリウム塩等；非イオン性界面活性剤としては、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、プロピレンジコール脂肪酸エステル、ポリエチレンジコール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンプロピレンジコール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンヒマシ油、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、ポリオキシエチレンフィットスタノールエーテル、ポリオキシエチレンフィットステロールエーテル、ポリオキシエチレンコレスタノールエーテル、ポリオキシエチレンコレステリルエーテル、ポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン、ポリオキシアルキレン・アルキル共変性オルガノポリシロキサン、アルカノールアミド、糖エーテル、糖アミド等；両性界面活性剤としては、ベタイン、アミノカルボン酸塩、イミダゾリン誘導体等が挙げられる。

【0009】本発明の化粧料には、本発明の効果を妨げない範囲で通常の化粧料に使用される粉体、アルコール類、水溶性高分子、皮膜形成剤、油溶性ゲル化剤、有機変性粘土鉱物、樹脂、紫外線吸収剤、保湿剤、防腐剤、抗菌剤、香料、塩類、酸化防止剤、pH調整剤、キレート剤、清涼剤、抗炎症剤、美肌用成分、ビタミン類、アミノ酸類、核酸、ホルモン、包接化合物等を添加することができる。

【0010】それぞれ特に限定されるものではないが、粉体としては、通常の化粧料に使用されるものであれば、その形状（球状、針状、板状、等）や粒子径（煙霧状、微粒子、顔料級等）、粒子構造（多孔質、無孔質等）を問わず、例えば体质顔料、白色顔料、有色顔料、有機粉末、パール剤、有機色素等があげられ、具体的には、タルク、マイカ、カオリン、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、酸化チタン、亜鉛華、ベンガラ、黄酸化鉄、黒酸化鉄、ナイロン粉末、シルクパウダー、ウレタンパウダー、シリコーン樹脂パウダー、シリコーンゴム

パウダー、雲母チタン、タール色素等が挙げられる。また、これらの粉体は本発明の効果を妨げない範囲で、粉体の複合化や一般油剤、シリコーン油、フッ素化合物、界面活性剤等で処理したものも使用することができる。

【0011】アルコール類としては、エタノール、イソプロパノール等の低級アルコール、ソルビトール、マルトース等の糖アルコール等、ステロールとして、コレステロール、シトステロール、フィトステロール、ラノステロール等がある。

【0012】水溶性高分子としては、アラビアゴム、トラガカント、ガラクタン、キャロブガム、グアーガム、カラヤガム、カラギーナン、ベクチン、寒天、クインシード（マルメロ）、デンプン（コメ、トウモロコシ、バレイショ、コムギ）、アルゲコロイド、トランクトガム、ローカストビーンガム等の植物系高分子、キサンタンガム、デキストラン、サクシノグルカン、ブルラン等の微生物系高分子、コラーゲン、カゼイン、アルブミン、ゼラチン等の動物系高分子、カルボキシメチルデンプン、メチルヒドロキシプロビルデンプン等のデンプン系高分子、メチルセルロース、エチルセルロース、メチルヒドロキシプロビルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシメチルセルロース、ヒドロキシプロビルセルロース、ニトロセルロース、セルロース硫酸ナトリウム、カルボキシメチルセルロースナトリウム、結晶セルロース、セルロース末のセルロース系高分子、アルギン酸ナトリウム、アルギン酸プロピレングリコールエステル等のアルギン酸系高分子、ポリビニルメチルエーテル、カルボキシビニルポリマー等のビニル系高分子、ポリオキシエチレン系高分子、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレン共重合体系高分子、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリエチルアクリレート、ポリアクリルアミド等のアクリル系高分子、ポリエチレンイミン、カチオンポリマー、ベントナイト、ケイ酸アルミニウムマグネシウム、ラボナイト、ヘクトライト、無水ケイ酸等の無機系水溶性高分子などがある。また、この中には、ポリビニルアルコールやポリビニルピロリドン等の皮膜形成剤も含まれる。

【0013】油溶性のゲル化剤としては、アルミニウムステアレート、マグネシウムステアレート、ジンクミリステート等の金属セッケン、N-ラウロイル-レーグルタミン酸、 α 、 γ -ジエトキシカルボキシルアミン等のアミノ酸誘導体、デキストリンパルミチン酸エステル、デキストリンステアリン酸エステル、デキストリン2-エチルヘキサン酸パルミチン酸エステル等のデキストリン脂肪酸エステル、ショ糖パルミチン酸エステル、ショ糖ステアリン酸エステル等のショ糖脂肪酸エステル、モノベンジリデンソルビトール、ジベンジリデンソルビトール等のソルビトールのベンジリデン誘導体等が挙げられ、また、ジメチルベンジルデシルアンモニウムモンモリロナイトクレー、ジメチルジオクタデシルアンモニウムモ

ンモリナイトクレー等の有機変性粘土鉱物も含まれる。

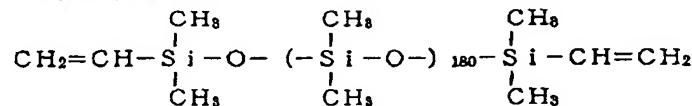
【0014】紫外線吸収剤としては、バラアミノ安息香酸等の安息香酸系紫外線吸収剤、アントラニル酸メチル等のアントラニル酸系紫外線吸収剤、サリチル酸メチル等のサリチル酸系紫外線吸収剤、バラメトキシケイ皮酸オクチル等のケイ皮酸系紫外線吸収剤、2, 4-ジヒドロキシベンゾフェノン等のベンゾフェノン系紫外線吸収剤、ウロカニン酸エチル等のウロカニン酸系紫外線吸収剤等が挙げられる。

【0015】保湿剤としては、ソルビトール、キシリトール、ポリエチレングリコール、ヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、ピロリドンカルボン酸塩等がある。

【0016】防腐剤としては、バラオキシ安息香酸アルキルエステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等、抗菌剤としては、安息香酸、サリチル酸、石炭酸、ソルビン酸、バラオキシ安息香酸エステル、バラクロルメタクレゾール、ヘキサクロロフェン、塩化ベンザルコニウム、塩化クロロヘキシジン、トリクロロカルバニド、感光素、フェノキシエタノール等がある。

【0017】酸化防止剤としては、トコフェロール、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシトルエン等、pH調整剤としては、乳酸、クエン酸、グリコール酸、コハク酸、酒石酸、d1-リソグ酸、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素アンモニウム等、キレート剤としては、アラニン、エデト酸ナトリウム塩、ポリリン酸ナトリウム、メタリン酸ナトリウム、リン酸等、清涼剤としては、L-メントール、カンフル等、抗炎症剤としては、アラントイン、グリチルレチン酸、トランニキサム酸、アズレン等が挙げられる。

【0018】美肌用成分としては、胎盤抽出液、アルブチン、グルタチオン、ユキノシタ抽出物等の美白剤、ロイヤルゼリー、感光素、コレステロール誘導体、幼牛血液抽出液等の細胞賦活剤、肌荒れ改善剤、ノニル酸ワレニルアミド、ニコチン酸ベンジルエステル、ニコチン酸β-ブトキシエチルエステル、カブサイシン、ジングロン、カンタリスチンキ、イクタモール、カフェイン、タンニン酸、α-ボルネオール、ニコチン酸トコフェロール、イノシトールヘキサニコチネート、シクランデレート、シンナリジン、トラゾリン、アセチルコリン、ベラバミル、セファランチン、アーチオリザノール等の血行促進剤、酸化亜鉛、タンニン酸等の皮膚吸収剤、イオウ、



【0024】で示される25°Cにおける粘度が600cStのメチルビニルシロキサン500gと、次の化学式(2)

チアントロール等の抗脂漏剤等が挙げられ、ビタミン類としては、ビタミンA油、レチノール、酢酸レチノール、バルミチン酸レチノール等のビタミンA類、リボフラビン、酪酸リボフラビン、フラビンアデニンヌクレオチド等のビタミンB2類、ピリドキシン塩酸塩、ピリドキシンジオクタノエート等のビタミンB6類、L-アスコルビン酸、L-アスコルビン酸ジバルミチン酸エステル、L-アスコルビン酸-2-硫酸ナトリウム、d1-α-トコフェロール-L-アスコルビン酸リン酸ジエステルジカリウム等のビタミンC類、バントテン酸カルシウム、D-バントテニルアルコール、バントテニルエチルエーテル、アセチルバントテニルエチルエーテル等のバントテン酸類、エルゴカルシフェロール、コレカルシフェロール等のビタミンD類、ニコチニ酸、ニコチニ酸ベンジル、ニコチニ酸アミド等のニコチニ酸類、d1-α-トコフェロール、酢酸d1-α-トコフェロール、ニコチニ酸d1-α-トコフェロール、コハク酸d1-α-トコフェロール等のビタミンE類、ビタミンP、ビオチン等がある。

【0019】アミノ酸類としては、アルギニン、アスパラギン酸、シスチン、システイン、メチオニン、セリン、ロイシン、トリプトファン等、核酸としては、デオキシリボ核酸等、ホルモンとしては、エストラジオール、エテニルエストラジオール等が挙げられる。

【0020】本発明において、皮膚外用剤とは、化粧料のみならず、外用医薬品等の、使用時に感触が問題とされる、皮膚に外用されるすべての製品を包含する。例えば、化粧水、乳液、クリーム、パック、マッサージ料、リップクリーム、ハンドクリーム、洗浄剤等のスキンケア料、ファンデーション、メークアップ下地、頬紅、アイシャドウ、マスカラ、アイライナー、アイブロウ、オーバーコート剤、口紅等のメークアップ料等が挙げられる。剤型は液状、乳液状、固形状、ペースト状、ゲル状等種々の形態を選択することができる。

【0021】

【実施例】以下に、本発明を実施例を挙げて説明するが、本発明は、これらによって何ら限定されるものではない。

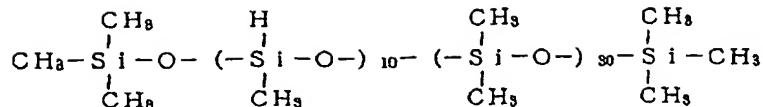
【0022】(製造例1) 次の化学式(1)

【0023】

【化1】

【0025】

【化2】



【0026】示される25°Cにおける粘度が30cSのメチルハイドロジェンポリシロキサン20gを、1リットルのガラスピーカーに仕込み、ホモミキサーを用いて2,000rpmで攪拌混合した後、ポリオキシエチレン(付加モル数:9モル)オクチルフェニルエーテル1g、水150gを加えて6,000rpmで攪拌、転相してから更に2,000rpm攪拌下、水329gを加え、O/W型エマルションを得た。

【0027】このO/W型エマルションを錫型攪拌翼による攪拌装置の付いたガラスフラスコに移し、室温で攪拌下、塩化白金酸-オレフィン錯体のトルエン溶液(白金含有量0.05%)1gと、ポリオキシエチレン(付加モル数:9モル)オクチルフェニルエーテル1gの混合物を添加、12時間硬化反応を行ない、球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液を得た。この分散液中の球状シリコーンゴム硬化物微粒子の平均粒径をコールターカウンター(コールターエレクトロニクス社製)を用いて測定したところ、15μmであった。

【0028】次に、この球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液580g、水2,290g、及びアンモニア水(濃度28重量%)60gを3リットルのガラスフラスコに仕込み、10°C、200rpmの条件で錫型攪拌翼により攪拌を行ない、メチルトリメトキシシラン65gを20分かけて滴下した。液温5~15°Cで4時間攪拌、更に55~60°Cで1時間攪拌して得られた液を加圧沪過器を用いて水約30%のケーキ状物とし、更に熱風循環乾燥機中で105°Cで乾燥した後、ジェットミルで解碎して複合粉体が得られた。

【0029】この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、15μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状シリコーンゴム硬化物微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン硬化物

が10重量部被覆されたものであった。

【0030】(製造例2)前記した製造例1のメチルトリメトキシシラン65gをメチルトリメトキシシラン55gとターグリシドキシプロビルトリメトキシシラン10gの混合物としたほかは、製造例1と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、15μmであった。又、この複合シリコーン粉体は、重量分析により、球状シリコーンゴム硬化物微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン硬化物が11重量部被覆されたものであった。

【0031】(製造例3)前記した製造例1におけるO/W型エマルション作成時に使用したポリオキシエチレン(付加モル数:9モル)オクチルフェニルエーテルを5gとし、製造例1と同様にして球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液を得たが、この分散液中の球状シリコーンゴム硬化物微粒子の平均粒径はコールターカウンターを用いて測定したところ、3μmであった。この球状シリコーンゴム硬化物微粒子分散液を用いて、製造例1と同様にして複合粉体を作成した。この複合粉体を界面活性剤を用いて水に分散させ、その平均粒径をコールターカウンターで測定したところ、3μmであった。又、この複合粉体は、重量分析により、球状シリコーンゴム硬化物微粒子100重量部に対してポリオルガノシルセスキオキサン硬化物が10重量部被覆されたものであった。

【0032】実施例1及び比較例1~2:化粧水表1に示す組成の化粧水を調製し、その使用感及び使用性について下記の方法より評価を行った。その結果も併せて表1に示す。

【0033】

【表1】

成 分	実施例1 比較例1 比較例2		
	%	%	%
1 エタノール	30.0	30.0	30.0
2 グリセリン	5.0	5.0	5.0
3 ポリエチレングリコール1500	4.0	4.0	4.0
4 POE (20E.O.) オレイルエーテル	1.0	1.0	1.0
5 POE硬化ヒマシ油 (30E.O.)	0.5	0.5	0.5
6 複合粉体 (製造例1)	5.0	—	—
7 ポリメチルシルセスキオキサン粉末 (*1)	—	5.0	—
8 シリコーンゴム硬化物粉体 (*2)	—	—	5.0
9 香料	適量	適量	適量
10 防腐剤	適量	適量	適量
11 精製水	残量	残量	残量

評価項目

塗布時のさらさら感	◎	◎	○
肌へののび広がり	◎	○	△
後肌のべたつきのなさ	◎	△	△
なめらかさ	◎	×	○
さっぱり感	◎	△	×
総合評価	◎	×	×

【0034】*1: ポリメチルシルセスキオキサン粉末；トスパール3120 (球状、平均粒径12μm、東芝シリコーン社製)

*2: シリコーンゴム硬化物粉体；トレフィル E501 (球状、平均粒径10μm、東レ・ダウコーニング社製)

【0035】(製造方法)

A: 成分11に成分2~3及び10を加え、室温下で溶解する。

B: 成分1に成分4~5及び9を加え、室温下で溶解した後、成分6~8を加え温潤分散させる。

C: BにAを加えて可溶化し、化粧水を得る。

【0036】(評価方法) 女性50名の専門パネルにより使用テストを行ない、塗布時のさらさら感、のび広がり、後肌のべたつきのなさ、なめらかさ、さっぱり感について以下の基準で評価を行ない、その平均点で判定した。

【0037】[評価基準]

5点：非常に良好

4点：良好

3点：普通

2点：やや不良

1点：不良

[判定]

◎: 平均点4.5以上

○: 平均点3.5以上4.5未満

△: 平均点2.5以上3.5未満

×: 平均点2.5未満

【0038】表1の結果より明らかのように、本発明の複合粉体を含有する実施例1の化粧水は、比較例1に比べ肌へののび広がりが良く、非常になめらかで、後肌のべたつきのなさ、さっぱり感に優れているものであった。又、比較例2に比べて、さらさらしてべたつきがなく、なめらかでさっぱりした、使用感の非常に良いものであった。

【0039】実施例2及び比較例3~4: 乳液

次の表2に示す組成の乳液を調製し、その使用感、及び使用性について下記の方法により評価を行った。その結果も併せて表2に示す。

【0040】

【表2】

実施例2 比較例3 比較例4

成 分	%	%	%
1 セタノール	1.0	1.0	1.0
2 スクワラン	5.0	5.0	5.0
3 オリーブ油	8.0	8.0	8.0
4 ホホバ油	2.0	2.0	2.0
5 POE硬化ヒマシ油(10E.O.)	1.0	1.0	1.0
6 モノステアリン酸ソルビタン	1.0	1.0	1.0
7 複合粉体(製造例2)	0.5	—	—
8 ポリメチルシルセスキオキサン粉末(*1)	—	0.5	—
9 シリコーンゴム硬化物粉体(*2)	—	—	0.5
10 エタノール	3.0	3.0	3.0
11 グリセリン	2.0	2.0	2.0
12 1、3-ブチレングリコール	2.0	2.0	2.0
13 防腐剤	適量	適量	適量
14 香料	適量	適量	適量
15 精製水	残量	残量	残量

評価項目

塗布時のべたつきのなさ	◎	◎	○
肌へののび広がり	◎	○	◎
後肌のさらさら感	◎	△	△
なめらかさ	◎	×	○
さっぱり感	◎	△	×
総合評価	◎	×	×

【0041】*1: ポリメチルシルセスキオキサン粉
末: トスパール3120(球状、平均粒径12μm、東芝シリコーン社製)

*2: シリコーンゴム硬化物粉体; トレフィル E50
1(球状、平均粒径10μm、東レ・ダウコーニング社製)

【0042】(製造方法)

A: 成分10~13及び15を加え、加熱溶解する。
B: 成分1~9を加熱溶解した後、Aを加えて乳化する。
C: Bを冷却し、成分14を加えて乳液を得る。

【0043】(評価方法) 女性50名の専門パネルにより使用テストを行ない、塗布時のべたつきのなさ、のび広がり、後肌のさらさら感、なめらかさ、さっぱり感について実施例1と同様の基準で評価を行ない、その平均点で判定した。

【0044】表2の結果より明らかなように、本発明の複合粉体を配合した実施例2の乳液は、比較例3に比べ非常になめらかで、後肌のさらさら感、さっぱり感に優れているものであった。又、比較例4に比べて、後肌のさらさら感、さっぱり感について非常に良いものであった。

【0045】実施例3: クリーム

(成分)	(%)
1. ステアリン酸	2.0
2. セタノール	1.0
3. コレステロール	1.0

4. スクワラン	10.0
5. オリーブ油	10.0
6. ホホバ油	10.0
7. ナトリウムリシン酸	0.5
8. モノステアリン酸ソルビタン	2.0
9. ホリオキシエチレン硬化ヒマシ油(40E.O.)	0.5
10. 複合粉体(製造例3)	2.0
11. グリセリン	10.0
12. レーアルギニン	0.3
13. 防腐剤	適量
14. 香料	適量
15. 精製水	残量

【0046】(製造方法)

A: 成分11~13及び15を加熱溶解する。
B: 成分1~10を混合し加熱溶解した後、Aを加えて乳化する。

C: Bを冷却し、成分14を加えてクリームを得る。

【0047】以上のようにして得られた本発明品のクリームは、塗布時のべたつきがなく、のび広がりが良く、後肌のさらさら感、さっぱり感に優れ、非常になめらかなものであることがわかった。

【0048】実施例4: 保湿クリーム

(成分)	(%)
1. マイクロクリスチルワックス	9.0
2. 固形パラフィン	2.0
3. ミツロウ	3.0

4. ワセリン	5. 0	(成分)	(%)
5. 還元ラノリン	8. 0	1. ポリビニルアルコール	20. 0
6. 流動バラフィン	15. 0	2. グリセリン	5. 0
7. スクワラン	12. 0	3. クニビア	6. 0
8. ミリスチン酸イソプロピル	4. 0	4. 複合粉体(製造例1)	2. 0
9. ヘキサデシルアジピン酸エステル	8. 0	5. エタノール	20. 0
10. ジメチルポリシロキサン	2. 0	6. 防腐剤	適量
11. 親油型モノオレイン酸グリセリン	3. 0	7. 香料	適量
12. 複合粉体(製造例1)	2. 0	8. 精製水	残量
13. ポリオキシエチレン(20)		【0055】(製造方法)	
ラウリルエーテル	1. 0	A: 成分1~4及び8を加熱混合する。	
14. グリセリン	2. 0	B: 成分5~7を混合する。	
15. 防腐剤	適量	C: BをAに添加して混合した後、冷却し、パックを得る。	
16. 香料	適量	【0056】以上のようにして得られた本発明品のパックは、塗布時のべたつきがなく、のび広がりが良く、乾きも早く、又、パック後の肌のさらさら感、さっぱり感、なめらかさに非常に優れているものであった。	
17. 精製水	残量	【0057】実施例7:パック	
【0049】(製造方法)		(成分)	(%)
A: 成分1~12を加熱溶解する。		1. ステアリン酸	10. 0
B: 成分13~15及び17を混合した後、Aに加えて乳化する。		2. パルミチン酸カリウム	25. 0
C: Bを冷却し、成分16を加えて保湿クリームを得る。		3. エチレングリコール	1. 0
【0050】以上のようにして得られた保湿クリームは、塗布時のべたつきがなく、のび広がりが良く、後肌のさらさら感、さっぱり感に優れ、非常になめらかなものであった。		4. グリセリン	10. 0
【0051】実施例5:乳液		5. カオリン	10. 0
(成分)	(%)	6. 複合粉体(製造例1)	1. 0
1. マイクロクリスタリンワックス	1. 0	7. 防腐剤	適量
2. ラノリン	1. 0	8. 香料	適量
3. ジメチルポリシロキサン(6cs)	40. 0	9. 精製水	残量
4. ジメチルポリシロキサン(>100万cs)	2. 0	【0058】(製造方法)	
5. 複合粉体(製造例2)	2. 0	A: 成分1~4及び7、9を加熱混合する。	
6. ソルビタンセスキオレイン酸エステル	4. 0	B: 成分5~6を混合する。	
7. ポリオキシエチレン(20)		C: BをAに添加して混合した後、冷却し、成分8を加えてパックを得る。	
ソルビタンモノオレイン酸エステル	1. 0	【0059】以上のようにして得られたパックは、塗布時のべたつきがなく、洗い流した後肌のさらさら感、さっぱり感、なめらかさに非常に優れているものであった。	
8. 1,3-ブチレングリコール	5. 0	【0060】実施例8:マッサージ料	
9. 防腐剤	適量	(成分)	(%)
10. 香料	適量	1. タルク	25. 0
11. 精製水	残量	2. 複合粉体(製造例3)	5. 0
【0052】(製造方法)		3. ポリオキシエチレン	
A: 成分1~7を加熱混合する。		ポリオキシプロピレングリコール	15. 0
B: 成分8~9及び11を混合した後、Aを加えて乳化する。		4. 1,3-ブチレングリコール	20. 0
C: Bを冷却し、成分10を加えて乳液を得る。		5. グリセリン	20. 0
【0053】以上のようにして得られた本発明品の乳液は、塗布時のべたつきがなく、のび広がりが良く、後肌のさらさら感、さっぱり感に優れ、非常になめらかなものであった。		6. 防腐剤	適量
【0054】実施例6:パック		7. 香料	適量
		8. 精製水	残量
【0055】(製造方法)			

A:成分1~8を均一混合してマッサージ料を得る。

【0062】以上のようにして得られたマッサージ料は、使用時、適度な抵抗感を有しながら、べたつきがなく、のび広がりが良く、マッサージ後の洗い流しも簡単で膜感を感じることなく、後肌もさらさら感、さっぱり感に優れ、非常になめらかなものであった。

【0063】実施例9:下地用乳液

(成分)	(%)
1. ステアリン酸	1.0
2. セタノール	0.5
3. モノオレイン酸ポリオキシエチレン	
ソルビタン	0.5
4. セスキオレイン酸ソルビタン	10.0
5. 流動パラフィン	5.0
6. トリオクタン酸グリセリル	3.0
7. 1、3-ブチレングリコール	10.0
8. グリセリン	3.0
9. カルボキシビニルポリマー	0.15
10. トリエタノールアミン	0.15
11. 防腐剤	適量
12. 精製水	残量
13. シリカ	3.0
14. 複合粉体(製造例3)	2.0
15. 酸化チタン	1.0
16. 香料	適量

【0064】(製造方法)

A:成分1~6を加熱溶解する。

B:成分7~12を加熱溶解した後、Aを加えて乳化する。

C: Bに成分13~15を混合したもの、及び、成分16を加えて下地用乳液を得る。

【0065】以上のようにして得られた下地用乳液は、塗布時のべたつきがなく、のび広がりが良く、後肌のさらさら感、さっぱり感に優れ、非常になめらかなもので

あった。

【0066】実施例10:皮膚洗浄剤

(成分)	(%)
1. ミリスチン酸	15.0
2. パルミチン酸	5.0
3. ステアリン酸	3.0
4. ミツロウ	3.0
5. ポリエチレンフリコール6000	2.0
6. ジステアリン酸エチレングリコール	2.0
7. ヤシ油脂肪酸ジエタノールアミド	3.0
8. グリセリン	15.0
9. 防腐剤	適量
10. 水酸化カリウム	5.5
11. 精製水	残量
12. N-ラウロイルサルコシンナトリウム	10.0
13. 複合粉体(製造例2)	2.0

【0067】(製造方法)

A:成分1~9を加熱溶解する。

B:成分10~11を加熱溶解する。

C: AにBを加え均一溶解し、更に成分12及び13を加えて均一にする。攪拌しながら冷却し皮膚洗浄剤を得る。

【0068】以上のようにして得られた皮膚洗浄剤は、使用時ののび広がりが良く、マッサージ効果が得られ、洗い流した後のさらさら感、さっぱり感に優れ、つっぱり感のないものであった。

【0069】

【発明の効果】本発明の皮膚外用剤は、異種のオルガノポリシロキサンからなる複合粉体と水性成分とを含有することにより、塗布時のべたつきや重さがなくさらさらして、のび広がりも軽く、後肌も、さらっとしたなめらかなさっぱりした感触を有する使用感、使用性に優れたものである。